

---

## OPTIMASI PARAMETER PEMISAHAN Zr DALAM PEB $U_3Si_2/Al$ PRA IRADIASI MENGGUNAKAN METODE KROMATOGRAFI PENUKAR ANION

Yanlinastuti, Noviaty, Iis Haryati, Syamsul Fatimah, Boybul, Aslina Br. Ginting

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN

Kawasan Puspiptek Serpong Gd.20 Tangerang Selatan, Banten 15314

e-mail: [ellyhasta@yahoo.com](mailto:ellyhasta@yahoo.com)

(Naskah diterima: 24-05-2019, Naskah direvisi: 14-06-2019, Naskah disetujui: 21-06-2019)

### ABSTRAK

**OPTIMASI PARAMETER PEMISAHAN Zr DALAM PEB  $U_3Si_2/Al$  PRA IRADIASI MENGGUNAKAN METODE KROMATOGRAFI PENUKAR ANION.** Telah dilakukan optimasi parameter pemisahan *zirconium* dalam larutan PEB  $U_3Si_2/Al$  pra iradiasi menggunakan metode kromatografi penukar anion dan analisisnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis. *Zirconium* merupakan salah satu isotop yang dapat digunakan untuk penentuan *burn-up* dalam bahan bakar, untuk mendapatkan hasil *zirconium* yang optimal perlu dipelajari parameter-parameter yang mempengaruhi terhadap pengukuran. Tujuan penelitian ini adalah untuk mendapatkan parameter optimal pemisahan *zirconium* dalam bahan standar maupun larutan PEB  $U_3Si_2/Al$  pra iradiasi menggunakan metode kromatografi penukar anion. Optimasi parameter pemisahan Zr dengan metode kromatografi penukar anion dilakukan menggunakan resin Dowex 1x-8 dengan variasi berat 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5 g, keasaman umpan  $H_2SO_4$  1; 2; 3; 4; 5 dan 6M, konsentrasi umpan standar Zr dengan 50; 100; 150, dan 200 ppm dan kecepatan alir bahan elusi  $H_2SO_4$  3 M pada 0,1; 0,3; 0,5; 0,7 dan 0,9 mL/menit. Efluen Zr sebagai hasil pemisahan ditambahkan Arsenazo III 0,1% sebagai pengompleks dan dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 665,3 nm. Hasil pengukuran diperoleh parameter optimal pemisahan Zr pada penggunaan resin seberat 1,5 g dengan *recovery* 70,79 %, keasaman  $H_2SO_4$  3M dengan *recovery* 83,94%, konsentrasi umpan sebesar 150 ppm dengan *recovery* 87,64% pada kecepatan alir pada 0,5 mL/menit. Parameter optimal ini digunakan untuk pemisahan unsur Zr di dalam larutan PEB  $U_3Si_2/Al$  pra iradiasi dan diperoleh *recovery* pemisahan sebesar 96,23%. Optimasi parameter metode kromatografi penukar anion yang diperoleh dapat digunakan untuk pemisahan unsur Zr dalam larutan PEB  $U_3Si_2/Al$  pasca iradiasi..

**Kata kunci :** parameter pemisahan, *zirconium*, PEB  $U_3Si_2/Al$ , kromatografi, penukar anion.

## ABSTRACT

**OPTIMIZATION OF PROCESS PARAMETERS OF Zr SEPARATION FROM  $U_3Si_2/Al$  FRESH FUEL BY ANION EXCHANGER CHROMATOGRAPHY.** Determination of optimum parameters in the process of zirconium separation from  $U_3Si_2/Al$  fresh fuel solution by anion exchanger chromatography and analysis with UV-Vis spectrophotometer has been carried out. Zirconium is one of isotopes that can be used in the determination of fuel burn-up. The purpose of this study is to obtain optimal parameters of zirconium separation in standard materials as well as  $U_3Si_2/Al$  fresh fuel solution by anion exchanger chromatography. Optimization of Zr separation parameters was carried out using Dowex 1x-8 resin with a variation in weight of 0.5; 1.0; 1.5; 2.0 and 2.5 g, acidity of  $H_2SO_4$  at 1 ; 2; 3; 4; 5 and 6 M, standard feed concentrations of Zr at 50; 100; 150 and 200 ppm and flow rate of 3M  $H_2SO_4$  elution at 0.1; 0.3; 0.5; 0.7 and 0.9 mL/minute. To the Zr effluent as the result of separation was added Arsenazo III 0.1% as complexing agent, and subsequent analysis with UV-Vis spectrophotometry was done at a wavelength of 665.3 nm. The measurement results show that the optimal parameters of Zr separation are the use of 1.5 g resin with resulting recovery of 70.79%, acidity of 3M  $H_2SO_4$  with recovery of 83.94%, feed concentration of 150 ppm with recovery of 87.64% at a flow rate of 0.5 mL/minute. When those optimal parameters were used in Zr separation from  $U_3Si_2/Al$  fresh fuel solution, the recovery obtained was 96.23%. These optimized parameters can also be used to separate Zr from  $U_3Si_2/Al$  irradiated fuel solution.

**Keywords:** separation, zirconium, fuel element plate of  $U_3Si_2/Al$ , anion exchange chromatography

## PENDAHULUAN

Beberapa metode telah dikembangkan untuk menentukan *burn-up* baik secara uji tidak merusak maupun uji merusak. Metode uji merusak secara radiokimia dilakukan untuk menentukan *burn up* bahan bakar melalui isotop spesifik dengan waktu paruh panjang maupun dengan waktu paruh pendek yang terdapat di dalam bahan bakar nuklir pasca iradiasi [1]. Isotop yang dapat digunakan sebagai monitor *burn-up* dengan waktu paruh panjang antara lain adalah  $^{235}U$ ,  $^{239}Pu$ ,  $^{148}Nd$ ,  $^{137}Cs$ ,  $^{152}Eu$ ,  $^{90}Sr$ ,  $^{143}Ce$ , sedangkan isotop yang mempunyai waktu paruh pendek adalah  $^{103}Ru$ ,  $^{95}Zr$  dan  $^{95}Nb$  (waktu paruh isotop  $^{103}Ru = 371,5$  hari,  $^{95}Zr = 65$  hari dan isotop  $^{95}Nb = 35$  hari [2,3]. Hasil penelitian C.Perteda, *et.al* [2] dari Chile yang telah melakukan perhitungan *burn up* menggunakan isotop  $^{95}Zr$  dengan waktu pendinginan 30 hari menyatakan bahwa isotop  $^{95}Zr$  sangat stabil digunakan untuk perhitungan *burn up* dengan waktu paruh yang pendek. Pemilihan isotop ini bertujuan untuk mengetahui kandungan hasil fisi dengan waktu paruh pendek yang terdapat di dalam suatu bahan bakar pasca iradiasi dan selalu dibandingkan dengan kandungan isotop  $^{137}Cs$  yang mempunyai waktu paruh panjang (30,17 tahun). Perbandingan kandungan isotop  $^{95}Zr$  dengan  $^{137}Cs$  dalam perhitungan *burn up* didasarkan kepada besar *fission yield* antara  $^{95}Zr$  dengan  $^{137}Cs$  hampir sama yaitu masing masing 6,49 % untuk  $^{95}Zr$  dan 6,02 % untuk  $^{137}Cs$ . Hal ini penting dilakukan sebagai faktor koreksi terhadap kandungan isotop  $^{95}Zr$ . Beberapa isotop hasil fisi yang dihasilkan setelah mengalami proses pendinginan selama 30 hari yang dianalisis menggunakan spektrometer menghasilkan beberapa isotop hasil fisi dengan waktu paruh pendek seperti  $^{103}Ru$ ,  $^{95}Zr$ ,  $^{95}Nb$  dan  $^{140}La$  [3].

Di beberapa negara perhitungan *burn up* secara radiokimia dilakukan menggunakan beberapa isotop hasil fisi sebagai monitor *burn up*. Di Korea

menggunakan isotop  $Nd$ ,  $U$  dan  $Pu$ , di Chile menggunakan isotop  $^{95}Zr$  dan di India maupun Amerika menggunakan isotop  $Cs$ ,  $U$  dan  $Pu$  sebagai monitor *burn up*. Di laboratorium IRM telah dilakukan perhitungan *burn up* bahan bakar PEB  $U_3Si_2/Al$  pasca iradiasi dengan menggunakan isotop  $Cs$ ,  $U$  dan  $Pu$ . Waktu paruh isotop  $^{137}Cs$  dan  $^{239}Pu$  berturut-turut adalah 30,17 tahun dan  $2,41 \times 10^4$  tahun, sedangkan isotop  $U$  memiliki waktu paruh antara lain:  $^{234}U = 2,45 \times 10^5$  tahun,  $^{235}U = 7,04 \times 10^8$  dan  $^{238}U = 4,48 \times 10^9$  tahun [4,5,6]. Upaya untuk mendukung penentuan *burn up* melalui perhitungan kandungan hasil fisi dengan waktu paruh pendek, maka pada penelitian ini dipersiapkan metode pemisahan unsur  $Zr$  menggunakan larutan standar  $Zr$  yang ditambahkan ke dalam larutan pelat elemen bakar (PEB)  $U_3Si_2/Al$  pra iradiasi. Tujuan dari penelitian ini adalah mendapatkan optimasi parameter pemisahan  $Zr$  dalam PEB  $U_3Si_2/Al$  pra iradiasi yang merupakan simulasi pemisahan  $Zr$  dalam PEB  $U_3Si_2/Al$  pasca iradiasi menggunakan metode penukar anion.

Metode penukar anion lebih sering digunakan oleh para peneliti untuk melakukan pemisahan uranium baik dalam larutan bahan bakar nuklir maupun dari matriks lainnya seperti sampel geologi, limbah dan sampel lingkungan. Hal ini disebabkan karena metode penukar anion memiliki beberapa keunggulan dari metode lainnya diantaranya lebih sederhana, mampu memisahkan unsur dengan konsentrasi rendah (*trace element*) serta limbah yang dihasilkan dalam jumlah sedikit. Resin penukar ion telah digunakan untuk pemisahan campuran senyawa kimia ionik, pada kromatografi pertukaran ion. Resin penukar anion adalah polimer yang berikatan dengan gugus fungsional yang mengandung ion yang dapat dipertukarkan. Salah satu cara yang dilakukan adalah meningkatkan daya adsorpsi resin Dowex terhadap ion kompleks metal. Daya adsorpsi

resin Dowex pada proses kolom penukar anion sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya adalah komposisi media pelarut atau jenis larutan umpan [7,8,9]. Kapasitas pertukaran ion adalah kemampuan resin dalam mempertukarkan ion sebanding dengan jumlah gugus aktif yang terikat pada resin. Semakin banyak jumlah gugus yang terikat, maka semakin besar nilai kapasitas pertukaran anion yang dihasilkan. Nilai ini ditentukan dengan titrasi asam basa dan nilai kapasitas pertukaran anion diperoleh dari selisih konsentrasi natrium hidroksida sebelum dan sesudah perendaman resin [10].

Pada beberapa penelitian telah dilakukan pemisahan Zr dengan penukar anion. Pada prinsipnya alat kromatografi kolom terdiri dari 2 komponen utama yaitu kolom yang berisi resin dan eluat bagian bawah tempat penampung efluen seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Proses pemisahan Zr dengan kolom penukar anion

Metode pemisahan Zr telah banyak dilakukan diantaranya ekstraksi cair-cair dan penukar anion [7,11]. Pemisahan Zr dengan ekstraksi cair-cair dengan ekstrak Metil Iso Butil Keton (MIBK) menjanjikan untuk menghasilkan *zirconium* berderajat nuklir [12]. Metode yang dilakukan dalam penelitian ini adalah metode penukar anion untuk pemisahan Zr. Dalam metode ini, ada 2 bentuk umpan yang diperlukan yaitu umpan berbentuk Zr-sulfat anion untuk resin jenis penukar anion Dowex 1-X8. Resin Dowex 1-X8 adalah resin jenis basa kuat

yang memiliki gugus aktif berbasis polystyrene dengan matriks  $R-CH_2N^+(CH_3)_3$  (resin trimethyl alkyl atau benzyl ammonium type 1) bermuatan Cl yang berbentuk bola. Selain resin Dowex 1-X8 dapat juga digunakan resin Amberlite IRA seri penukar anion dari Rohm and Haas Company. Berdasarkan pustaka [13] dipilih umpan berbentuk Zr-sulfat karena mempunyai nilai faktor pisah sebesar 7, sedangkan bentuk Zr-khlorida hanya memiliki nilai faktor pisah sebesar 1,3, selain itu Zr-sulfat lebih stabil dan kurang korosif dibanding Zr-khlorida. Upaya untuk memperoleh  $Zr(SO_4)_3^{2-}$  atau anion yang sejenis yaitu dengan melarutkan  $Zr(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$  dalam  $H_2SO_4$  2M. Agar *zirconium* dapat dipertukarkan dengan resin penukar anion, maka *zirconium* dibuat dalam bentuk kompleks anion yaitu  $ZrO(SO_4)_2^{2-}$  atau  $Zr(SO_4)_3^{2-}$  atau bentuk anion yang lain. Bentuk *zirconium* anion kompleks akan terikat lebih kuat pada resin Dowex 1-X8. *Zirconium* dapat dipungut atau dipisahkan pada elusi yang kedua yaitu dengan menggunakan larutan  $H_2SO_4$  pada konsentrasi yang lebih tinggi daripada elusi pertama. Oleh karena itu, untuk membuktikan bahwa umpan dalam  $PEBU_3Si_2/Al$  tersebut sudah berbentuk anion  $ZrO(SO_4)_2^{2-}$  atau  $Zr(SO_4)_3^{2-}$  atau bentuk anion yang lain maka dilakukan penyerapan terhadap resin penukar anion Dowex 1-X8 secara kolom penukar anion [14,15,16].

Dalam penelitian ini dilakukan pemisahan Zr dalam larutan PEB  $U_3Si_2/Al$  pra iradiasi dengan cara metode penukar anion dan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis, untuk mendapatkan parameter pemisahan Zr. Data pengujian yang dihasilkan dapat memberikan informasi yang valid agar dapat digunakan untuk analisis terhadap unjuk kerja bahan bakar. Parameter pemisahan dan pengujian unsur Zr yang diperoleh selanjutnya digunakan untuk pemisahan Zr dalam larutan PEB  $U_3Si_2/Al$  pasca iradiasi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui parameter-parameter yang berpengaruh

terhadap hasil pemisahan dengan cara kolom penukar anion menggunakan resin Dowex 1-x8 menggunakan sampel standar Zr, adapun variasi parameter adalah berat resin, keasaman larutan umpan, konsentrasi larutan umpan dan kecepatan alir. Keberhasilan proses pemisahan tersebut dapat dilihat dari persentase *recovery*, setelah diperoleh parameter optimum dilakukan analisis, *zirconium* dalam larutan  $PEBU_3Si_2/Al$  pra iradiasi dan analisis dengan spektrofotometer UV-Vis dengan menggunakan pengompleks arsenazo III merupakan pengompleks yang dapat membentuk senyawa kompleks yang mempunyai panjang gelombang yang spesifik[8].

## METODOLOGI

Optimasi parameter pemisahan standar Zr dengan metode penukar anion dilakukan dengan beberapa variasi parameter meliputi variasi berat resin pada rentang 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5 g, konsentrasi keasaman  $H_2SO_4$  pada 1; 2; 3; 4; 5 dan 6M, konsentrasi standar Zr sebagai larutan umpan pada 50; 100; 150; dan 200 ppm dan variasi kecepatan alir dari kolom dengan 0,1; 0,3; 0,5; 0,7 dan 0,9 mL/menit. Resin Dowex 1x8 ditimbang dengan variasi berat 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5 g, masing-masing dimasukkan ke dalam kolom yang telah berisi larutan standar Zr dengan konsentrasi 100 ppm sebanyak 1,5 mL. *Zirconium* akan terikat dengan resin Dowex, kemudian dielusi dengan  $H_2SO_4$  4M dan dialirkan dengan kecepatan 0,5 mL/menit hingga habis. Efluen Zr yang keluar dari kolom diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis sehingga diperoleh optimasi parameter pemisahan standar Zr. Optimasi parameter digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi *zirconium* dan analisis Zr menggunakan UV-Vis dengan cara membuat deret standar pada konsentrasi 0,0; 0,1; 0,3; 0,5 dan 0,7 ppm. Masing-masing deret standar Zr tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 5 mL

larutan sampel PEB  $U_3Si_2/Al$  pra iradiasi hasil elusi, kemudian ditambahkan 400  $\mu L$  larutan Arsenazo III 0,1% ke dalam masing-masing labu takar dan ditepatkan dengan HCl 9N. Larutan dikocok dan didiamkan sehingga terbentuk senyawa kompleks berwarna merah keunguan yang sempurna, kemudian larutan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis untuk menentukan panjang gelombang optimum. Dari nilai absorbansi dapat diperoleh konsentrasi *zirconium* dalam larutan sampel  $PEBU_3Si_2/Al$  pra iradiasi.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

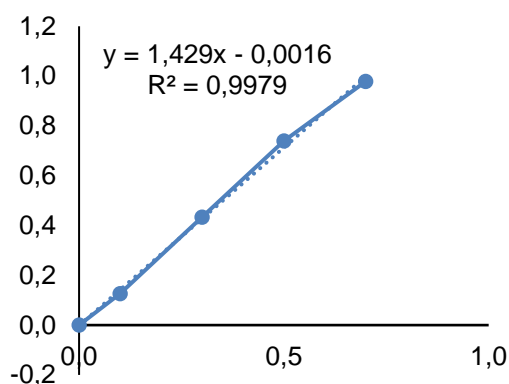
### Aktivasi dan penentuan kapasitas resin Dowex 1-X8

Hasil penentuan kapasitas resin diketahui bahwa untuk setiap 1 gram resin Dowex 1-X8 diperlukan 10,2 mL NaOH 1 N sehingga kapasitas resin penukar ion diperoleh  $1,0\text{ N} \times 10,2\text{ mL/1 g resin} = 10,2$  miliekivalen/g. Hasil peneliti sebelumnya menunjukkan bahwa kapasitas serap resin sebesar 7 miliekivalen/g, sedangkan dalam percobaan ini diperoleh 10,2 miliekivalen/g. Hal ini menunjukkan semakin banyak jumlah gugus fosfat yang terikat pada resin maka semakin besar nilai kapasitas pertukaran ion dihasilkan dengan demikian resin tersebut dapat digunakan dalam penelitian ini[16].

### Kurva kalibrasi

Hasil analisis menunjukkan bahwa nilai rata-rata absorbansi dari masing-masing larutan standar Zr diperoleh standar deviasi, nilai RSD (relatif standar deviasi) secara keseluruhan berada dibawah 5% yang ditunjukkan pada Gambar 2 dan Tabel 1. Dari Gambar 2 diketahui bahwa dengan variasi konsentrasi didapat persamaan  $y = 1,429x - 0,0016$  dengan koefisien regresi 0,9979. Hal ini menyatakan bahwa hubungan antara absorbansi dan konsentrasi sangat kuat seperti yang terlihat pada Gambar 3, dengan menggunakan persamaan  $y = 1,429x - 0,0016$  maka

koncentrasi *zirconium* dalam larutan sampel PEB  $U_3Si_2/Al$  pra iradiasi dapat diketahui.

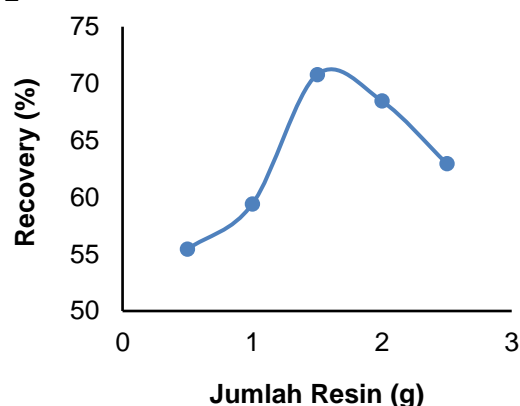


Gambar 2. Kurva kalibrasi standar *zirconium*

### Variasi berat resin Dowex 1-x8

Hasil pemisahan *zirconium* standar dengan variasi resin Dowex 1-x8 dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis dengan pengompleks arsenazo III 0,1% ditunjukkan pada Gambar 3. Gambar 3 menunjukkan bahwa berat resin 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5 g sangat berpengaruh terhadap *recovery* pemisahan *zirconium*. *Recovery* pemisahan Zr diperoleh masing-masing sebesar 55,44; 59,40; 70,79; 68,46; 62,96%. Hasil elusi menunjukkan semakin bertambah berat resin semakin tinggi kandungan *zirconium*

diperoleh hingga berat resin mencapai 1,5 g, namun dengan bertambah berat resin diatas 1,5 g diperoleh kandungan *zirconium* semakin menurun. Hal ini disebabkan karena resin tidak dapat melepaskan *zirconium* secara maksimal, ada batasan berat resin yang menangkap dan melepaskan *zirconium*, dengan demikian berat resin yang optimum untuk pemisahan *zirconium* adalah 1,5 g dengan kandungan *zirconium* terhadap *recovery* sebesar 70,79% seperti yang dituangkan pada Tabel 2



Gambar 3. Hubungan antara berat resin dengan *recovery* (%)

Tabel 1. Data hasil pengukuran kurva kalibrasi standar *zirconium*

No	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi				SD	RSD (%)
		1	2	3	Rerata		
1	0,0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,1	0,126	0,126	0,126	0,126	0,000	0,000
3	0,3	0,434	0,434	0,433	0,434	0,001	0,133
4	0,5	0,740	0,740	0,740	0,740	0,000	0,000
5	0,7	0,978	0,979	0,979	0,979	0,001	0,059

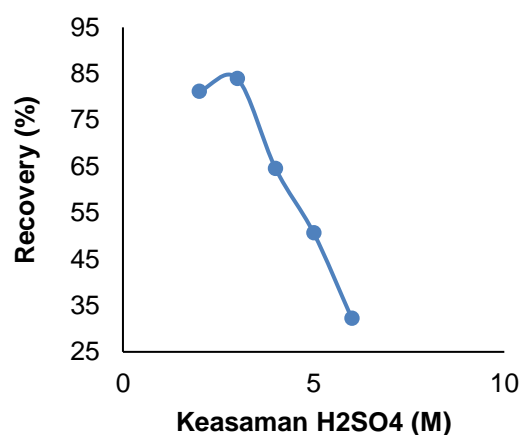
Tabel 2. Hasil pengukuran Zr variasi berat resin

No	Berat Resin (g)	Absorbansi				SD	RSD (%)	Pengukuran (ppm)	Teori (ppm)	Recovery (%)
		1	2	3	Rerata					
1	0,5	0,951	0,949	0,947	0,949	0,002	0,002	55,435	100	55,44
2	1	1,017	1,017	1,017	1,017	0,000	0,000	59,401	100	59,40
3	1,5	1,213	1,212	1,212	1,212	0,001	0,001	70,792	100	70,79
4	2	1,173	1,172	1,172	1,172	0,001	0,001	68,459	100	68,46
5	2,5	1,078	1,078	1,078	1,078	0,000	0,000	62,958	100	62,96

### Variasi konsentrasi keasaman H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Larutan hasil pemisahan terhadap variasi konsentrasi keasaman dianalisis kandungan *zirconium*nya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan pengompleks Arsenazo III. Hasil pemisahan *zirconium* dengan variasi konsentrasi keasaman H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2,3,4, 5 dan 6M terhadap *recovery* dapat ditunjukkan pada Gambar 4 dan Tabel 3. Gambar 4 dan Tabel 3 menunjukkan bahwa *recovery* pemisahan *zirconium* diperoleh berturut-turut sebesar 81,22; 83,94; 64,58 dan 50,66%. Berdasarkan data yang diperoleh keasaman yang optimum dalam pemisahan *zirconium* terjadi pada konsentrasi keasaman 3M dengan *recovery* pemisahan sebesar 83,94%. Bila konsentrasi keasaman bertambah menyebabkan kandungan *zirconium* semakin menurun. Hal ini kemungkinan disebabkan dengan

bertambahnya keasaman, resin tidak dapat mengikat *zirconium* dengan sempurna sehingga keasaman bertambah tidak memberikan hasil pemisahan *zirconium* yang lebih baik.



Gambar 4. Hubungan antara keasaman dengan *recovery* pemisahan Zr.

Tabel 3. Hasil pengukuran Zr variasi keasaman resin

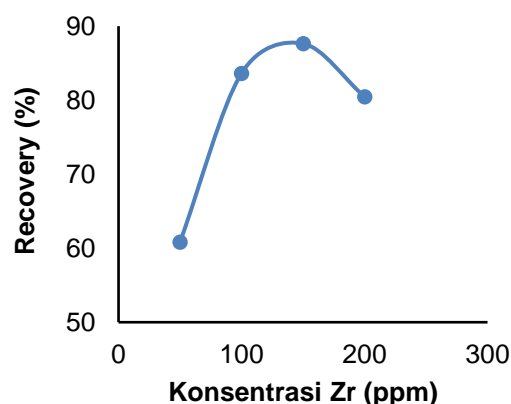
No	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (M)	Absorbansi				SD	RSD (%)	Pengukuran (ppm)	Teori (ppm)	Recovery (%)
		1	2	3	Rerata					
1	2	1,043	1,043	1,043	1,043	0,000	0,000	81,222	100	81,22
2	3	1,078	1,078	1,078	1,078	0,000	0,000	83,944	100	83,94
3	4	0,829	0,829	0,829	0,829	0,000	0,000	64,583	100	64,58
4	5	0,650	0,650	0,650	0,650	0,000	0,000	50,665	100	50,66

### Variasi konsentrasi umpan

Hasil pemisahan Zr dengan variasi konsentrasi umpan sebesar 50,100, 150, dan 200 ppm setelah dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometri UV-Vis dengan pengompleks arsenazo III ditunjukkan pada Gambar 5 dan Tabel 4.

Pada Gambar 5 dan Tabel 4 terlihat bahwa konsentrasi keasaman umpan berpengaruh terhadap pemisahan Zr. Kandungan *zirconium* dan *recovery* pemisahan diperoleh berturut-turut sebesar 60,85; 83,62; 87,64 dan 80,46%. Semakin besar konsentrasi umpan Zr semakin besar kandungan *zirconium* diperoleh, namun setelah konsentrasi *zirconium* mencapai optimal maka resin tidak mampu melepas

*zirconium* dari dalam resin, sehingga mempengaruhi prosentase *recovery* pemisahan



Gambar 5. Hubungan antara konsentrasi umpan dengan *recovery* pemisahan.

Tabel 4. Hasil pengukuran Zr variasi kecepatan alir

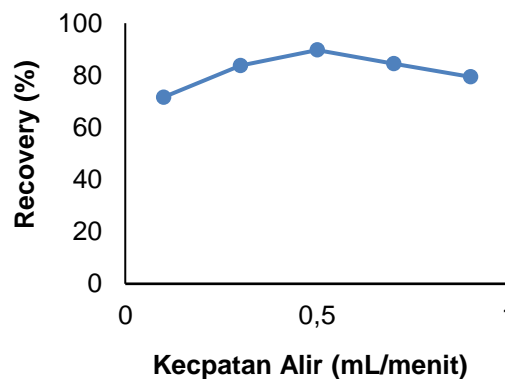
No	Kec.alir (ml/menit)	Absorbansi				SD	RSD (%)	Pengukuran (ppm)	Teori (ppm)	Recovery (%)
		1	2	3	Rerata					
1	50	0,490	0,490	0,490	0,490	0,0	0,0	30,423	50	60,85
2	100	0,670	0,670	0,670	0,670	0,0	0,0	83,624	100	83,62
3	150	1,048	1,048	1,048	1,048	0,0	0,0	131,460	150	87,64
4	200	0,645	0,645	0,645	0,645	0,0	0,0	160,921	200	80,46

#### Variasi kecepatan alir

Telah diperoleh larutan hasil elusi dengan variasi laju alir kemudian dilakukan pengukuran *zirconium* dengan penambahan pengompleks Arsenazo III menggunakan spektrofotometer UV-Vis ditunjukkan pada Gambar 6. Hasil pemisahan Zr dengan pengaruh variasi kecepatan alir 0,1; 0,3; 0,5; 0,7 dan 0,9 mL/menit dengan *recovery* ditunjukkan pada Gambar 6 dan Tabel 5.

Gambar 6 dan Tabel 5 menunjukkan pengaruh kecepatan alir terhadap *recovery* pemisahan *zirconium* diketahui bahwa eluen pada laju alir 0,5 mL/menit mengandung *zirconium* lebih banyak. Semakin lama kecepatan alirnya semakin besar *zirconium* yang terambil, namun setelah kecepatan alir ditambah resin proses pemisahan *zirconium* tidak dapat dilakukan dengan baik.

Hal ini disebabkan karena ada batas optimum berat resin untuk dapat mengikat dan melepaskan *zirconium* secara maksimum. Hubungan kecepatan alir dengan *recovery* pemisahan *zirconium* diperoleh sebesar 89,68%.



Gambar 6. Hubungan antara kecepatan alir dengan *recovery* pemisahan Zr

Tabel 5. Hasil pengukuran Zr variasi konsentrasi umpan

No	Umpan (ppm)	Absorbansi				SD	RSD (%)	Pengukuran (ppm)	Teori (ppm)	Recovery (%)
		1	2	3	Rerata					
1	50	0,490	0,490	0,490	0,490	0,000	0,000	30,423	50	60,85
2	100	0,670	0,670	0,670	0,670	0,000	0,000	83,624	100	83,62
3	150	1,048	1,048	1,048	1,048	0,000	0,000	131,460	150	87,64
4	200	0,645	0,645	0,645	0,645	0,000	0,000	160,921	200	80,46

Parameter optimum pemisahan *zirconium* dengan resin Dowex 1-x8 terhadap standar *zirconium*, selanjutnya digunakan untuk pemisahan *zirconium* dalam larutan PEB  $U_3Si_2/Al$ . Hasil pemisahan

unsur Zr yang terkandung di dalam 50  $\mu L$  larutan PEB  $U_3Si_2/Al$  pasca iradiasi sebanyak 100 ppm diperoleh *recovery* sebesar 96,23% seperti yang ditunjukkan pada Tabel 6.

Tabel 6. Konsentrasi unsur Zr yang terpisahkan dari larutan PEB  $U_3Si_2/Al$  pra iradiasi

Konsentrasi standar Zr dalam 50 $\mu L$ larutan PEB $U_3Si_2/Al$ (ppm)	Absorbansi				Konsentrasi standar Zr yang terpisahkan (ppm)	Recovery (%)
	1	2	3	Rerata		
100	0,285	0,285	0,285	0,285	96,232	96,23



Data *recovery* pada Tabel 6 menunjukkan hasil bahwa pemisahan unsur Zr di dalam larutan PEB  $U_3Si_2/Al$  pra iradiasi diperoleh sebesar 96,23%, hal ini menunjukkan bahwa *zirconium* yang berada dalam resin setelah dielusi dapat dipisahkan secara baik.

## SIMPULAN

Telah diperoleh parameter optimum pemisahan *zirconium* yaitu berat resin 1,5 g elusi dengan keasaman  $H_2SO_4$  3M elusi dengan konsentrasi 150 ppm dan kecepatan alir diperoleh 0,5 ml/menit, dengan kapasitas pertukaran ion 10,2 meq/g. Sementara itu, metode pemisahan dan analisis Zr dalam larutan PEB  $U_3Si_2/Al$  pra iradiasi menggunakan metode penukar anion menggunakan resin Dowex 1-x8 diperoleh *recovery* pemisahan *zirconium* sebesar 96,23%. Hal ini menunjukkan bahwa *zirconium* yang berada dalam resin setelah dielusi dengan  $H_2SO_4$  3M dapat dipisahkan secara baik sehingga metode ini dapat digunakan untuk pemisahan unsur Zr di dalam PEB  $U_3Si_2/Al$  pasca iradiasi.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih disampaikan kepada rekan-rekan kerja di Fisikokimia yang telah membantu kegiatan ini hingga penelitian dan makalah dapat diselesaikan.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. B. Ginting, Boybul, A. Nugroho, D. Anggraini, R. Kriswarini, "Pemisahan dan analisis  $^{137}Cs$  dan  $^{235}U$  dalam PEB  $U_3Si_2-Al$  pasca iradiasi untuk penentuan *burn up*," *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir* vol. 11, no. 2, 2015.
- [2] C. Perteda, C. Henriquez, J. Merdel, J. Klein, G. Navarro, "Zr-95 fuel burn up measurements using gamma spectrometry technique," Universidad Diego Portales, Santiago de Chile, Chile, 2004
- [3] S. K. Jung, S. J. Young, D. P. Soon, K. H. Yeong, and S. Kyuseok, "Analysis of high burnup pressurized water reactor fuel using uranium, plutonium, neodymium, and cesium isotope correlations with burn up," *Nuclear Engineering Technology*, vol. 47, pp. 924-933, 2015.
- [4] D. Anggraini. Yanlinastuti, Noviarty, Masrukan, "Analisis Zr dalam paduan UZr (6%) melalui pengukuran senyawa Zr-Arsenazo III menggunakan spektrofotometri UV-Vis," *Jurnal Daur Bahan Bakar Nuklir Urania*, vol. 18, no. 2, 2012.
- [5] M. K. Ajiriyanto, Junaedi, A. S. D. Putri, E. Nurlaily, "Pembakuan metode uji metalografi PEB U-Mo/Al pasca iradiasi," *Hasil-Hasil Penelitian EBN Tahun 2015*, Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN.
- [6] T. Ikehara, Y. Ando, and M. Yamamoto, "Fission product model for BWR analysis with improved accuracy in high burn up," *Journal of Nuclear Science and Tecnology*, vol. 35, no. 8, pp. 527-537, 1998.
- [7] Yanlinastuti, Noviarty, I. Haryati, S. Fatimah, Boybul, S. Nisa, D. Anggraini, A. Nugroho, "Pembakuan metode pemisahan dan analisis Zr dalam PEB  $U_3Si_2/Al$ ," *Hasil-Hasil Penelitian EBN Tahun 2017*. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN.
- [8] E. Susiantini, "Pembuatan  $Zr (SO_4)_2 \cdot x H_2O$  melalui jalur *Zirconium Basic Sulphate* (ZBS) sebagai umpan pada *Continuous Annular Chromatography* (CAC)," *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*, vol. 9, no. 2, hal. 55-113, 2013.
- [9] Yanlinastuti, Noviarty, S. Fatimah, I. Haryati, S. Indaryati, Boybul, S. Nisa, A. Nugroho, "Metode pemisahan unsur uranium dan molibdenum dalam PEB  $U_7Mo-Al$  pra iradiasi menggunakan metode ekstraksi," *Hasil-Hasil Penelitian EBN Tahun 2015*, Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir–BATAN.
- [10] E. Susiantini, M. Setyadi, "Pemisahan Zr-Hf dalam asam sulfat dengan resin

- 
- penukar anion,” *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*, vol. 8, no. 2, hal. 67 – 78, 2012.
- [11] D. Biyantoro, M. V. Purwani, “Optimasi pemisahan Zr-Hf dengan cara ekstraksi memakai solven TOPO,” *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*, vol. 9, no.1, 2013
- [12] D. Biyantoro, R. Subagiono, K. T. Basuki, Rosyidin, “Pemisahan U dari unsur-unsur pengotor Zr dan Ru dengan cara membran emulsi memakai D2EHPA,” *Prosiding Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir V*, 22 Februari 2000, P2TBDU dan P2BGN Batan Jakarta.
- [13] K.T. Basuki, D. Biyantoro, “Kinetika reaksi pemisahan Zr-Hf pada ekstraksi cair-cair dalam media asam nitrat,” *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*, vol. 7, no. 1, hal. 1-73, 2011.
- [14] M. V. Purwani, Suyanti, A. W. Muhadi, “Ekstraksi konsentrat neodimium memakai asam di-2-etil hexil fosfat,” *Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir*, Yogyakarta, 25-26 Agustus 2008, PTAPB-BATAN.
- [15] W. B. Sediawan, “Berbagai teknologi proses pemisahan,” *Prosiding Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir V*, 22 Pebruari 2000, P2TBDU dan P2BGN – BATAN Jakarta.
- [16] A. Zainudin, A. Anggraeni, T. Sofyatin, & H. H. Bahti, “Pembuatan resin penukar ion polistiren sulfonat,” *Jurnal Chimica et Natura Acta*, vol. 3, no. 1, pp. 30-33, 2015.